

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 621. 74

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке

_____ Кружаев В.В.

«___» _____ 2013

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.2.1 Плана реализации мероприятий Программы развития
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

«Влияние термопластической обработки на механические и релаксационные свойства
метастабильной аустенитной стали»
(Заключительный)

Зав.кафедрой

(подпись, дата)

М.А. Гervasев

Научный руководитель

(подпись, дата)

Л.А. Мальцева

Исполнитель

(подпись, дата)

В.А. Шарапова

Екатеринбург 2013

Реферат

1. ФИО автора: Шарапова Валентина Анатольевна, Sharapova Valentina A.
2. Аннотация: на русском и английском языках. Изучены особенности формирования структуры и механических свойств аустенитных кобальтосодержащих сталей с 1,0 и 5,0 % кобальта при высоких степенях деформации. Кроме того, были изучены механические и релаксационные свойства коррозионно-стойкой стали 03X14H11K5M2ЮТ в зависимости от температурно-временных параметров обработки. Features of the formation of the structure and physical and mechanical properties of 1.0 and 5.0% cobalt-containing austenitic steels, at high plastic strains, have been investigated. Mechanical and relaxation properties of corrosion-resistant metastable austenitic steel (03Kh14N11K5M2YuT) have been investigated as function of the pretreatment and the temperature–time treatment conditions.
3. Ключевые слова: аустенит, мартенист деформации, напряжение, прочность austenite, induced strain martensite, stress, strength.
4. Тема отчета: «Влияние термопластической обработки на механические и релаксационные свойства метастабильной аустенитной стали», “The influence of thermoplastic processing on mechanical and relaxation properties of metastable austenitic steel”

Введение

В связи с современной тенденцией промышленности на миниатюризацию изделий возникает необходимость создания новых инструментов, в том числе микрохирургических, а также упругих элементов и пружин для точного машиностроения и приборостроения, изготовленных из тонкой или тончайшей проволоки. Наиболее важным в их создании является выбор материалов, которые бы значительно повышали качество, надежность, срок службы и функциональные свойства. Применяемые в настоящее время для пружин и упругих элементов стали аустенитного класса типа 12X18H10T уже не могут в полной мере соответствовать растущим требованиям. Они имеют недостаточный уровень механических свойств, релаксационной и коррозионной стойкости, а также не обладают хорошей технологичностью, что особенно важно при производстве проволоки тонких сечений. Целью исследования была разработка новых сталей с более высоким уровнем прочностных свойств, более высокой технологичностью, пластичностью, релаксационной стойкостью при достаточно высоком уровне коррозионной стойкости. В настоящее время разработаны высокопрочные и теплостойкие стали на Fe-Cr-Ni основе дополнительно легированные в различных комбинациях кобальтом, а также молибденом, титаном и алюминием. Общей особенностью этих сталей является то, что все они практически безуглеродистые (содержание углерода не превышает 0,03%). Снижение содержания углерода ($\leq 0,03\%$) делает стали этого класса не склонными к межкристаллитной коррозии после нагрева в широком интервале температур. [1].

Данная работа является продолжением цикла работ [2,3], связанных с разработкой составов аустенитных сталей с заданными функциональными и прочностными свойствами и исследованием их поведения в условиях, приближенных к эксплуатационным.

Основная часть

Исследуемые стали обладают повышенным запасом пластичности в закаленном состоянии, вследствие высокой плотности легкоподвижных дислокаций и низкого содержания примесей внедрения, что позволило в дальнейшем осуществлять на них холодную пластическую деформацию с высокими степенями (см. табл. 1).

Таблица 1. Механические свойства закаленных от 1000°C сталей

Марка стали	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %	Фазовый состав		KCV, МДж/м ²		HV ₅ /125
					ОЦК	ГЦК	20°C	-196°C	
03X14N11K5M2ЮТ	350	540	58	75	-	100	3,69	1,93	140
03X14N11KM2ЮТ	340	574	55	78	~5-10	~95-90	2,58	1,8	150

Микроструктура сталей – обычная для аустенитных сталей, содержит зерна полиэдрической формы с большим числом двойников отжига (рис. 1, а, б). Такая структура характерна для аустенита с низкой энергией дефекта упаковки. Фазовый рентгеноструктурный анализ, проведенный на закаленных от 1000° С образцах исследуемых сталей показал, что в стали с пониженным содержанием кобальта при сохранении основной базы легирования кроме аустенита в структуре присутствует до 10 % δ -феррита, т.е кобальт в сталях этого структурного класса в количестве 5,0 % приводит к практически полному подавлению образования δ -феррита.

а

б

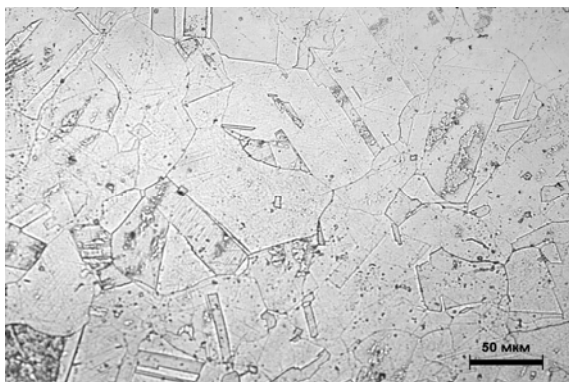


Рис.1. Микроструктура закаленных от 1000°C исследуемых сталей:

а – сталь 03X14N11K5M2ЮТ; б – сталь 03X14N11KM2ЮТ

В закаленных сталях данной системы легирования аустенит отличается невысоким пересыщением, в результате чего старение закаленных образцов вызывает слабый эффект дисперсионного твердения. Поэтому проводить старение на закаленных сталях нецелесообразно.

Пластическое деформирование играет важную роль в технологическом процессе обработки деформационно-нестабильных аустенитных сталей и позволяет не только обеспечить необходимое формоизменение материала, но и эффективно воздействовать на структурное состояние, что является одним из основных факторов достижения в этих сталях высокопрочного состояния. Пластическую деформацию волочением на обеих сталях проводили с максимально возможными степенями деформации при сохранении удовлетворительной пластичности с диам. 7,0 на диам. 0,8 мм. На образцах проволоки, отобранных по маршруту волочения, изучали изменение механических свойств, магнитных характеристик и структуры. Изменение прочностных и пластических свойств при волочении исследуемых сталей до потери пластичности приведено на рис. 2. Повышение прочностных и снижение пластических свойств при волочении, главным образом, определяется увеличением плотности дислокаций, т.е. деформационным наклепом. Однако немаловажный вклад в изменение свойств исследуемых сталей вносит образование мартенсита деформации. Как показало проведенное исследование, аустенит исследуемых сталей является деформационно-нестабильным и при деформации (волочении) испытывает $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ превращения. Отличие в величине упрочнения двух исследуемых сталей при невысоких степенях деформации обусловлено особенностями их легирования. В сталях с пониженным содержанием кобальта при небольших степенях деформации наблюдается бóльшая интенсивность мартенситообразования, приводящая к более значительному упрочнению (см. табл. 2). Однако в стали с пониженным содержанием кобальта при значительно меньшей степени суммарной пластической деформации ($\epsilon \approx 3,0$) наступает снижение пластических свойств (δ , ψ), при этом также наблюдается отсутствие существенного различия в значениях временного сопротивления разрыву (σ_b) и предела текучести ($\sigma_{0,2}$).

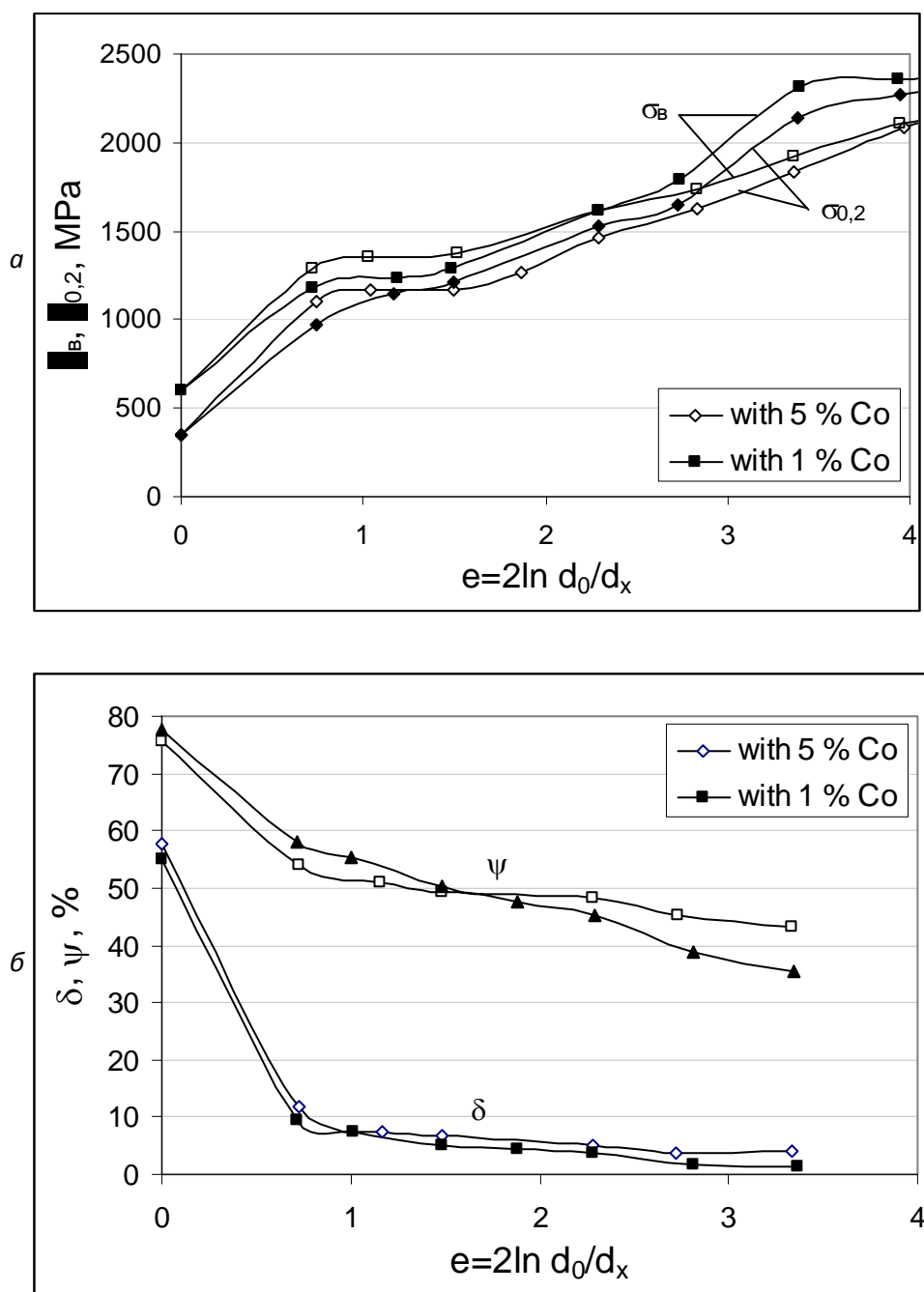


Рис.2. Изменение прочностных (а) и пластических (б) свойств сталей при волочении с диам. 7,0 мм на диам. 0,8 мм

Сталь с повышенным содержанием кобальта (5,0%) обладает большим запасом пластичности и повышенной технологичности и ее удалось протянуть до более высоких степеней деформации без потери пластичности. По-видимому, при легировании кобальтом ~ 5,0 % область начала образования α -мартенсита сдвигается в сторону больших деформаций, способствуя сохранению пластичности до более высоких степеней обжатия за счет протекания $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения (trip-эффекта). Изучение магнитных характеристик холоднодеформированной проволоки исследуемых сталей приведено в табл.2.

Таблица 2 – Количество мартенсита деформации в зависимости от степени истинной деформации

$\epsilon = 2 \ln d_0/d_x$	Мартенсит деформации, α , %	
	сталь с 5,0% Co	сталь с 1,0% Co
0	0	5,0
1,15	25,8	45,1
2,99	84,3	89,2
4,15	92,9	98,3

Повышенное количество магнитной фазы при низких степенях деформации волочением в сталях с пониженным содержанием кобальта 03X14H10KM2ЮТ по сравнению со сталью марки 03X14H11K5M2ЮТ, по-видимому, связано с изменением стадийности протекания мартенситных $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ превращений. Следует отметить, что при интенсивных степенях деформации различие выравнивается, и для $\epsilon = 4$ составляет 93–98 % мартенсита деформации. Небольшое различие в значениях магнитной составляющей в сталях с разным содержанием кобальта можно также объяснить присутствием в закаленном состоянии δ -феррита в сталях с пониженным содержанием кобальта (см. табл. 1). Подобная зависимость количества мартенсита от степени холодной пластической деформации в этих исследуемых сталях наблюдалась также и при деформации растяжением и кручением в установке, включающей компьютеризированный гистерезисграф Remagraph C-500 и модернизированную универсальную испытательную машину УММ-5.

Пониженный коэффициент деформационного упрочнения и меньшая интенсивность мартенситообразования при малых степенях обжата позволяют сделать вывод, что в кобальтсодержащих сталях мартенситное превращение реализуется по схеме $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$, с более широкой областью двойникования. Смещение стадии $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в сторону больших степеней обжата позволяет объяснить сохранение пластичности до более высоких деформаций в кобальтсодержащих сталях, увеличить степень суммарного обжата проволоки и уменьшить число промежуточных смягчающих обработок.

Поскольку сталь с 5,0% кобальта проявила себя как более технологичный материал, то из нее были изготовлены разные типоразмеры проволоки волочением по различным маршрутам без промежуточных смягчающих термических обработок. Наличие деформационно-метастабильного аустенита, протекание мартенситных

превращений и trip -эффекта позволило проводить холодную пластическую деформацию с чрезвычайно высокими степенями обжатия ($\epsilon = 2,32; 3,20; 4,3$ и ~ 5) и получать в структуре нанокристаллическое состояние. Исследуемая сталь 03X14H11K5M2ЮТ после закалки с 1000°C и подготовки поверхности к волочению была протянута: с диам. 14,0 мм до диам. 2,7 мм; с диам. 8,0 мм на диам. 0,8 мм; с диам. 7,0 мм на диам. 0,5 мм; с диам. 3,0 мм на диам. 0,15 мм (без смягчающих промежуточных отжигов). Прочностные свойства при деформации $\epsilon = 2,32$ на диам. 2,77 составляли: $\sigma_B \approx 1400\text{--}1450$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 1320\text{--}1380$ МПа; при деформации $\epsilon = 4,3$ на диаметре 0,8 мм: $\sigma_B \approx 2350$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 2270$ МПа, $\delta \approx 2\text{--}3\%$; при деформации $\epsilon \geq 5,0$ на диаметре 0,5 мм и 0,15; $\sigma_B \approx 2200\text{--}2250$ МПа, $R_{\text{уэл}} \approx 50\%$ на диаметре 0,15 мм. Сталь с 1,0 % кобальта протянуть со степенью деформации ($\epsilon \geq 3,0$) без потери пластичности не удалось. Последующее старение при $450\text{--}500^\circ\text{C}$, выдержка 1 ч дает прирост прочностных свойств ($\Delta\sigma_B$) относительно деформированного состояния, в среднем, на 200–250 МПа. Следует отметить, что последеформационное старение целесообразно проводить на готовых изделиях.

Релаксационная стойкость

Высокопрочное состояние в метастабильных аустенитных сталях, обычно достигается закалкой на пересыщенный γ -твердый раствор, холодной пластической деформацией волочением или плющением с высокими суммарными степенями деформации и проведением дальнейшего последеформационного старения [7]. Мартенсит деформации является фазой менее структурно равновесной и в нем активнее протекают диффузионные процессы, ведущие к образованию сегрегаций и последующему выделению интерметаллидных фаз. Поэтому присутствие мартенсита наиболее значимо сказывается на заключительном этапе упрочняющей обработки – старении.

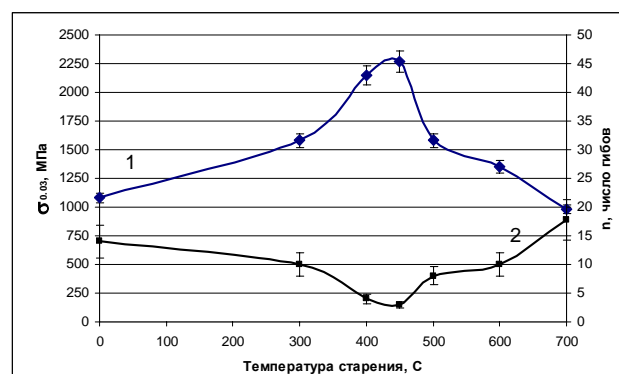
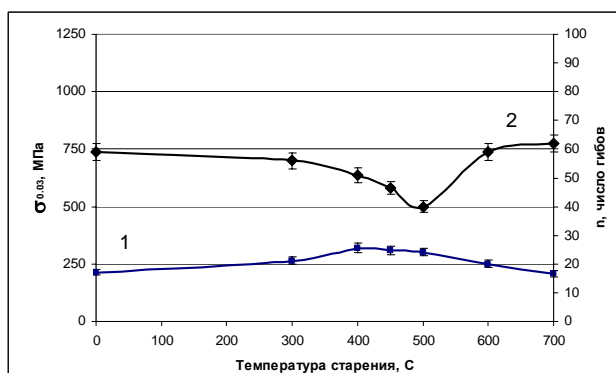
Наиболее высокую пластичность и технологичность при производстве высокопрочной проволоки показала аустенитная сталь 03X14H11K5M2ЮТ, что позволило достичь более высоких значений прочностных свойств и сделало привлекательной перспективу использования этой стали для изготовления специальных высокопрочных упругих элементов. В связи с этим особую важность приобретает выяснение способности данной стали сопротивляться развитию релаксационных процессов при повышенных температурах, что дает возможность судить об уровне ее теплостойкости.

Релаксацию напряжений при изгибе проводили на ленточных образцах аустенитной стали 03X14H11K5M2ЮТ с различным исходным состоянием при температурах 300° и 400° С в течение 5, 10, 30, 60, 180, 300 и 600 мин. На рис.5 показано влияние температуры старения закаленных и деформированных образцов на условный предел упругости ($\sigma_{0,03}$) и число перегибов (n) исследуемой стали. Исследование механических свойств пружинной ленты показало, что старение предварительно закаленных образцов не приводит к заметному изменению упругих свойств, в то время как холодная пластическая деформация (волочением и плющением) привела к существенному повышению предела упругости (с 215 до 1150 МПа).

a

б

Рис. 5. Зависимость предела упругости (кривая 1) и числа перегибов (2) закаленной (а) и деформированной (б) ленты



Упрочнение исследуемой аустенитной стали обусловлено одновременным и сложным влиянием ряда факторов. Повышение упругих свойств в результате холодной пластической деформации обусловлено

с одной стороны наклепом и усилением дефектности структуры γ -твердого раствора вследствие развития пластического деформирования путем скольжения и двойникования, а с другой стороны интенсивностью протекания $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ превращений, появлением в аустените высокодисперсных кристаллов мартенсита способных «наследовать» дефекты аустенита. Следует подчеркнуть, что количество мартенсита деформации в исследуемой метастабильной аустенитной стали при деформации, как было показано выше, может достигать 80-90%. Последующее старение дополнительно повышает предел упругости деформированной стали. Максимальные значения условного предела упругости ($\sigma_{0,03}$) достигаются при

температурах 450° С, что связано с процессами распада ОЦК-твердого раствора (мартенсита деформации) с образованием упорядоченной изоморфной по отношению к ОЦК фазе алюминида NiAl. Пластичность и вязкость ленты, оцениваемая по числу знакопеременных гибов после старения при 400-450°С имеет минимальные значения. При более высоких температурах старения происходит нарушение когерентной связи частиц второй фазы и матрицы и снятие локальных напряжений, а также протекание обратного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения.

Наряду с упругими и пластическими свойствами пружинной ленты важной характеристикой является их релаксационная стойкость при повышенных температурах. Для высокопрочных материалов, к которым следует отнести и исследуемую метастабильную аустенитную сталь, следует иметь в виду, что достижение высокой прочности практически всегда основано на получении метастабильного состояния. Для метастабильного состояния релаксация обусловлена взаимодействием структурного и сдвигового механизма. Интенсивность процесса релаксации находится в сложной зависимости от температурно-временных параметров испытания и режимов термомеханического упрочнения. При определенных условиях релаксационная устойчивость может преимущественно зависеть от активности того механизма релаксации, который становится ведущим звеном в релаксационном процессе [8]. На рис.6 приведены кривые изменения относительной релаксационной стойкости исследуемой стали 03X14H11K5M2ЮТ в зависимости от температуры предварительного старения при температурах испытания 300 (а) и 400° С (б) длительностью 10 часов и начальном напряжении $\sigma_0 = 0,8 \sigma_{0,03}$. Наиболее низкая релаксационная стойкость наблюдается после закалки и пластической деформации. Значительная релаксация напряжений после закалки и холодной пластической деформации обусловлена интенсивным развитием структурного механизма релаксации, связанного с протеканием процессов стабилизирующих структуру непосредственно в поле приложения напряжений изгиба [9]. При анализе релаксационной стойкости нестабильных сталей необходимо учитывать также роль мартенсита деформации в осуществлении релаксации. Образование мартенсита способствует усилению упрочнения, при этом наиболее заметно его влияние наблюдается при старении. Эффективность повышения прочностных свойств при старении находится в зависимости от объемной доли мартенсита. Деформационное старение можно рассматривать как гетерогенный распад ОЦК - твердого раствора в условиях высокой плотности дефектов, идущий с выделением частиц избыточной

фазы. Оно не только способствует термической стабильности структуры, но и при соответствующих температурно-временных условиях нагрева может дополнительно повышать прочностные характеристики (в первую очередь предел упругости) деформированных сталей.

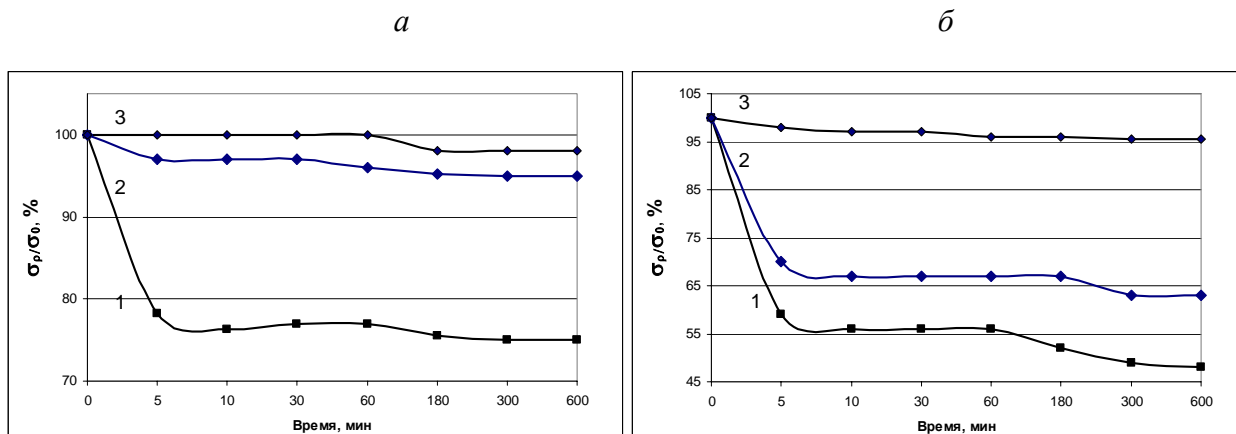
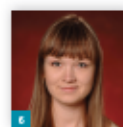
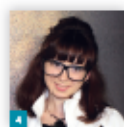
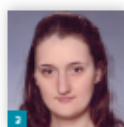
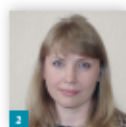


Рис. 6. Релаксационная стойкость исследуемой стали при $T_r = 300^\circ\text{C}$ (а) и при $T_r = 400^\circ\text{C}$ (б) после различных обработок: 1 – деформация; 2 – деформация + старение 400°C , 1 ч; 3 – деформация + старение 500°C , 1 ч

Благодаря этому возрастает сопротивление сдвиговому механизму релаксации, ослабляется влияние структурного механизма и, как следствие, наблюдается существенное усиление релаксационной стойкости. Из полученных данных можно сделать вывод, что на релаксационную стойкость деформированной стали большое влияние оказывает степень структурной метастабильности. Дополнительное старение увеличивает сопротивление релаксации напряжений при температурах 300 и 400°C , особенно в том случае, когда температура старения становится выше температуры релаксации, что приводит к увеличению стабильности структуры. При этом снижение релаксирующего напряжения не превышает 5 %, что свидетельствует о высокой релаксационной стойкости стали 03X14H11K5M2ЮТ при повышенных температурах.

Corrosion-resistant austenitic steels for elastic elements

1 **Liudmila A. Maltseva** MInstP*
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia2 **Tatiana V. Maltseva** PhD
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia3 **Valentina A. Sharapova** PhD
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia4 **Natalia N. Ozerets** PhD
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia5 **Xenia D. Khramtsova** MMet
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia6 **Maria P. Tretnikova** MMet
The Ural Federal University (UrFU), Yekaterinburg, Russia

Features of the formation of the structure and physical and mechanical properties of 1-0 and 5-0% cobalt-containing austenitic steels, at high plastic strains, have been investigated. Mechanical and relaxation properties of corrosion-resistant metastable austenitic steel (03Kh14N11K5M2YuT) have been investigated as function of the pretreatment and the temperature–time treatment conditions.

1. Introduction

Due to the current trends in miniaturization of industry products, it is necessary to create new tools for use in microsurgery, and elastic elements and springs for precision engineering and instruments, that are made of thin or fine wire. The most important aspect in their development is the selection of materials that would significantly improve the quality, reliability, durability and functional properties. Austenitic steel-type 12Kh18N10T, which are currently used for springs and elastic elements, are not able to fully meet the growing demands. These steels have poor mechanical properties, corrosion resistance and relaxation, as well as weak processability, which is particularly important for the production of thin sections of the wire. The aim of this study was the development of new steels with higher strength properties, greater adaptability, plasticity and relaxation resistance with a high level of corrosion resistance. Currently, high-strength and heat-resistant steel in iron–chromium–nickel-based alloys, in addition to various combinations of cobalt and molybdenum, titanium and aluminum, are being developed. The common feature of these steels is that they are virtually carbon free (carbon content less than 0.03%). Reducing the carbon content to <0.03% makes this class not prone to the intergranular corrosion after heating in a wide temperature range.¹

This work is a continuation of the previous work,^{2,3} relating to the development of the composition of austenitic steels with specified functional and strength properties and the study of their behavior in conditions close to operational.

2. Methods of study

Two austenitic steels have been studied: (i) steel with a cobalt content of ~5.0% – steel-type 03Kh14N11K5M2YuT and (ii) steel with low cobalt content of ~1.0% – 03Kh14N11KM2YuT. Steel processing was carried out in an open induction furnace with pure materials and Armco iron, and 10-kg ingots after homogenizing annealing at 1160°C for 10 h were forged and machined to a diameter of 14 mm. Wires of different sizes were produced on drawing mills from the resulting pieces. Wire with a diameter of 7.0 mm was subjected to drawing mills and drawn to a diameter of 0.8 mm with single strain to ~20% ($\varepsilon = \frac{F_0 - F_x}{F_0} \cdot 100\%$). Samples for structural studies and mechanical tests were selected by drawing the route for every two to three passes; the degree of true strain was determined by the formula $\varepsilon = 2 \ln d_0/d_x$. Before deformation, samples were quenched at 1000°C in water for γ -supersaturated solid solution. Part of the route was selected by drawing samples at 500°C for 1 h. Tensile strength σ_B , yield strength $\sigma_{0.2}$, elongation δ , relative narrowing ψ , the number

*Corresponding author e-mail address: mla44@mail.ru

Заключение

1. Увеличение содержания кобальта в составе стали улучшает однородность структуры стали, вследствие подавления образования в структуре δ -феррита.
2. Аустенит исследуемых сталей является деформационно-нестабильным и практически полностью превращается в мартенсит деформации при холодной пластической деформации ($\epsilon > 3,0$).
3. При легирование кобальтом $\sim 5,0$ % область начала образования α -мартенсита сдвигается в сторону больших деформаций, способствуя сохранению пластичности до более высоких степеней обжатия за счет протекания ПНП-эффекта.
4. Наиболее высокое сопротивление релаксации напряжений наблюдается после обработки по режиму: закалка, деформация со степенью обжатия 60% и последующее старение при 500°C, 1 ч.
5. Сталь 03X14H11K5M2ЮТ после обработки по оптимальному режиму является теплостойкой до температуры 400° С и может быть использована для высоконагруженных пружин упругих элементов.

Список использованных источников

1. Мальцева Л.А., Н.Н. Озерец, Н.Г. Россина и др. Коррозионная стойкость высокопрочных алюминийсодержащих сталей для медицинstrumenta // Материаловедение, 2009, № 6 (147). С. 11-18.
2. Мальцева Л.А. Свойства метастабильной стали 03X14H11K5M2ЮТ после термопластической обработки // МиТОМ. 2009. – №11. – С. 45-50.
3. Мальцева Л.А., Завалишин В.А., Михайлов С.Б. и др. Свойства метастабильной стали 03X14H11K5M2ЮТ после термопластической обработки // МиТОМ. – 2009. - №11. - С. 45-50.
4. Зубов В.Я. Структура и свойства стальной пружинной ленты / В.Я. Зубов, С.В. Грачев. – М.: Металлургия, 1964. – 223 с.
5. Носкова Н.И. Дефекты и деформация монокристаллов / Н.И. Носкова // Екатеринбург: УрО РАН. 1995. 184 с.
6. Рахштадт А.Г. Пружинные стали и сплавы. – 3-е изд., перераб. и дополн. / А.Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1982. – 400 с.
7. Грачев С.В., Бараз В.Р. Теплостойкие и коррозионно-стойкие стали. М.: Металлургия, 1989. 144 с.
8. Банных О.А. Прямое и обратное упругие последствия пружинной ленты из азотсодержащей стали X21Г10Н7МБФ // МиТОМ. – 2006. – № 1. – С. 8-10.
9. Грачев С.В. О структурном механизме релаксации напряжений в метастабильных сплавах // МиТОМ. – 2005. – № 7. – С. 38-44.